

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-249880

(43)Date of publication of application : 05.10.1989

(51)Int.Cl.

C09J 7/02

C09J 3/00

C09J 3/00

C09J 7/02

(21)Application number : 63-078597

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.1988

(72)Inventor : KONDO KEIZO

(54) ANISOTROPICALLY ELECTRICALLY CONDUCTIVE ADHESIVE SHEET

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the present sheet durable to such severe test conditions as cold heat cycling esp. under highly humid conditions, having such constitution that silane coupling agent-adsorbed electrically conductive particles are dispersed in a thermoplastic resin.

CONSTITUTION: The objective sheet having such constitution that (A) such electrically conductive particles that (i) normally 0.01-5 (pref., 0.1-3) pts.wt. of a silane coupling agent such as 3-glycidoxypropyl trimethoxysilane or an alkoxysilane such as methylmethoxysilane is adsorbed on (ii) 100 pts.wt. of electrically conductive particles (e.g., Ni, iron, Cr, Co, Sb, Mo, copper, silver, platinum, gold) with at least its surface consisting of metal is dispersed in (B) a thermoplastic resin comprising styrene-butadiene-styrene block copolymer. This sheet can suitably be used for integrated circuits in the electronics industry and the circuit connections in various displays.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

DERWENT-ACC-NO: 1989-335989

DERWENT-WEEK: 198946

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Anisotropic electroconductive adhesive sheet- comprises thermoplastic resin contg. electroconductive particles obtd. by absorbing silane coupling agent on metal particle

PATENT-ASSIGNEE: SEKISUI CHEM IND CO LTD[SEKI]

PRIORITY-DATA: 1988JP-0078597 (March 30, 1988)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAINIPC
JP 01249880 A	October 5, 1989	N/A	005	N/A

INT-CL (IPC): C09J003/00, C09J007/02

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 01249880A

BASIC-ABSTRACT:

Sheet comprises thermoplastic resin in which electroconductive particles obtd. by adsorbing silane coupling agent or alkoxysilane on particle of which at least surface is metal, are dispersed.

USE/ADVANTAGE - Sheet has good durability. Useful for electroconductive adhesion with electroconductivity in lateral direction and insulation in longitudinal direction of display materials with FPC.

In an example, 50 wt.pts. of nickel powder adsorbing 3-glycidoxypopyltrimethoxysilane was dispersed in soln. of toluene dissolving 100 wt.pts. of styrene-ethylene-butylene-styrene block copolymer, 100 wt.pts. of coumarone-indene resin, 50 wt.pts. of aliphatic petroleum resin and 1 wt.pts. of antioxidant (amt. of nickel powder was 2 vol.% to total solid). Dispersion was coated on PET film to 25 micro m thickness and heated at 80 deg.C for 10 min to adhesive sheet. Sheet was adhered on fine pattern circuit to make test samples which showed 22 ohm of conductive resistance and 10 power 10 ohm of insulative resistance before test and 35 dim and 10 power 10 ohm of resistance respectively and without open, after 160 cycles as-20 deg.C x 2 hr. and 70 deg.C, 95% RH x 2 hr, 6 hr/cycle.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: ANISOTROPE ELECTROCONDUCTING ADHESIVE SHEET COMPRISE THERMOPLASTIC RESIN CONTAIN ELECTROCONDUCTING PARTICLE OBTAIN ABSORB SILANE COUPLE AGENT METAL PARTICLE

DERWENT-CLASS: A26 A85 G03 L03

CPI-CODES: A08-M01D; A08-M09A; A09-A03; A12-A; A12-E; G03-B04; L03-G05;

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 5222U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0002 3003 0205 0218 0123 0231 0242 0258 0307 0362 3178 1319 1462 3320 2218 2220 2266 2307 2318 2378 2427 2437 2488 2507 2513 2522 2551 2599 2654 3252 2726 2743

Multipunch Codes: 014 034 036 04 040 041 046 047 051 055 056 060 07- 13- 143 144 15- 155 163 166 169 170 171 18& 229 247 259 27& 28& 303 308 310 316 329 332

⑫ 公開特許公報(A) 平1-249880

⑤ Int. Cl.⁴C 09 J 7/02
3/00

識別記号

J L H
C E N
J A R
J K K

庁内整理番号

A-6944-4 J

⑬ 公開 平成1年(1989)10月5日

7038-4 J

B-6944-4 J 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 異方導電性接着シート

⑮ 特 願 昭63-78597

⑯ 出 願 昭63(1988)3月30日

⑰ 発 明 者 近 藤 敬 三 大阪府東大阪市瓜生堂1丁目14番13-710号

⑱ 出 願 人 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

明 細 書

発 明 の 名 称

異方導電性接着シート

特 許 請 求 の 範 囲

- 1 少くとも表面が金属からなる粒子にシランカップリング剤またはアルコキシシランが吸着された導電性粒子が、熱可塑性樹脂中に分散されてなることを特徴とする異方導電性接着シート。

発 明 の 詳 細 な 説 明

(産業上の利用分野)

本発明は電子産業における集積回路や各種表示装置の回路接続等に用いて好適な異方導電性接着シートに関する。

(従来の技術)

2種の面状導電性接着体A、Bを接着してA-B間の厚さ方向のみの導電性(異方導電性)を得る方法として、例えば、接着剤としての熱可塑性のポリマーシート中にニッケル粉等の導電性粒子が分散してなる異方導電性接着シートを接着体A、B間に挟んで加熱圧着する方法が

ある。この接着シートは、加熱により流動化して接着性を示し、且つ導電性粒子の存在によりシートの厚み方向にのみ異方的に導電性を発現する。

しかし、上記導電性接着体の導通回路部は、近年、電子産業において用いられる部品の微細化に伴ない細密化(ファインピッチ化)される傾向にあり、3本/mm以上の回路の接続が多くなっている。

(発明が解決しようとする課題)

上記ファインピッチの回路接続に従来の異方導電性接着シートを用いた場合は、耐熱性・耐湿性等の耐久性について問題があった。

例えば、高湿下における冷熱サイクル繰返し試験を長期間にわたって実施したり、あるいは熱変形応力の大きいフレキシブルプリント基板(FPC)に使用した場合には短期間のうちに導通不良(オープン)の発生が認められるなど更に改良の余地があった。

(発明が解決しようとする課題)

本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、その目的とするところは耐久性に優れた、特に高圧下における冷熱サイクル繰返しのような過酷な試験条件にも耐え得る異方導電性接着シートを提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明の異方導電性接着シートは、少なくとも表面が金属からなる粒子にシランカップリング剤またはアルコキシシランが吸着された導電性粒子が熱可塑性樹脂中に分散されてなり、このことにより上記目的が達成される。

シランカップリング剤またはアルコキシシランが吸着される粒子としては、ニッケル、鉄、クロム、コバルト、アンチモン、モリブデン、銅、銀、白金、金などの金属粉のほか、樹脂、ガラスなどに金属をコーティングした導電粉も使用可能である。

導電性粒子の平均粒径は、例えば1～50 μm 、好ましくは5～35 μm の範囲とされる。1 μm を下回ると、所望の導電性を得るために多量の導

性が得られない恐れもある。このように、アスペクト比の大きい導電性粒子は好ましくない。

シランカップリング剤は、一般に、その分子中に有機材料と親和性(または反応性)のある有機官能基と、無機材料と親和性(または反応性)のある加水分解性基とを有しており、有機材料と無機材料とを化学的に結合する機能を有するものとして広く知られている。

本発明において用いられるシランカップリング剤の具体例としては3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルトリメトキシシラン等が挙げられる。

本発明においては上記シランカップリング剤と共に、或いはその代りに、所謂アルコキシシランも使用可能であり、その具体例としてはメチルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン等を挙げることができる。

導電性粒子を配合する必要がある、そのために接着シートの接着力が低下する傾向にある。50 μm を上回ると、接着シート表面の平滑性が得られにくい。そのため、接着時に空隙が生じ、接着力低下の原因となる。

導電性粒子は、好ましくは、本接着シートの全固形分中の0.1～1.0体積%の範囲で含有される。0.1体積%を下回ると所望の導電性が得られにくい。1.0体積%を上回ると接着シートの面方向の絶縁性が低下し、そのために異方導電性が得られない。しかも接着シートの接着力が低下する傾向にある。導電性粒子の形状は特に限定されないものの、球状であれば好ましい。球状の導電性粒子を含む接着シートは、加熱により流動化した状態で導電性粒子が接着面とほぼ点接触する。そのため、接着シートの接着力を低下することなく異方導電性が得られる。これに対し、フレーク状の導電性粒子は接着面と面接触する部分が多くなる。従って、接着シートの接着力が低下する傾向にあり、異方導電

これらのシランカップリング剤又はアルコキシシランは、少なくとも表面が金属からなる導電性粒子100重量部に対して一般に0.01～5重量部、好ましくは0.1～3重量部用いられる。0.01重量部_{乾分}を下回ると電気抵抗_{乾分}の劣化を有効に防止し得なくなり、5重量部を超えても劣化防止の有効性が増大することはないからである。また熱可塑性樹脂の内、先ず熱収縮タイプのシートに用いられるものとしては、スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体、スチレン-イソプレン-スチレンブロック共重合体、スチレン-エチレン-ブチレン-スチレンブロック共重合体(SEBS)、等の合成ゴム、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリエチレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-アクリル酸エステル共重合体、ポリビニルブチラール、ポリエステル、ポリイソブチレン、アタクチックポリプロピレン、ポリウレタン等が挙げられる。

又、膨圧タイプのシートに用いられるものと

してはアクリル酸エステル系ゴム、天然ゴム、シリコン系ゴム、ポリクロロブレン、ブタジエンスチレン共重合体、ポリ酢酸ビニル、エチレン酢酸ビニル共重合体、ポリイソブチル、ポリビニルエーテル系ゴムなどが挙げられる。

これらの樹脂はその1種又は2種以上を組合わせて用いることができる。

次に本発明シートの製造方法の例について述べる。先ずシランカップリング剤又はアルコキシシランをトルエン等の揮発性溶剤に希釈、溶解しておき、この中に前記導電性粒子の所定量を投入し、充分に攪拌して分散させた後溶剤を揮発させることにより粒子表面に吸着させる。次いで、別に用意した前記熱可塑性樹脂の溶液あるいは熱溶融物中にこの吸着処理を施した導電性粒子を添加し、通常の攪拌により混合して導電性接着組成物を得る。これをパーコーターなどによりポリエチレンテレフタレートなどのプラスチックフィルムあるいは離型紙等のセパレーター上に塗布した後、乾燥して異方導電性

ニッケル粉50重量部を攪拌により分散させた(このときニッケル粉は全固形分中の約2体積分であると算出された。)。この分散液をシリコンで表面離型処理したポリエチレンテレフタレート製フィルム(セパレーター)上にパーコーターにて塗布した。塗布量は乾燥後の膜厚が25 μ mとなるように調節した。これを80℃で10分間乾燥することにより接着シートを得た。

この接着シートを3mm幅に裁断し電極幅90 μ m、電極間隔90 μ m、電極本数140本のFPC(ベースフィルムは75 μ m厚味のポリイミド[商品名ユービレックス]、電極は35 μ m厚味の銅箔に銅メッキを施したもの)の電極端部に仮圧着した後セパレーターを剥離した。そして、(A)表面の全面にITO(インジウム錫-オキサイド)膜が形成されたガラス板(50mm \times 50mm \times 1.1mm厚、表面抵抗10~15 Ω / \square)及び(B)素ガラス(50mm \times 50mm \times 1.1mm厚)のそれぞれ端部に重ね合わせた。これらを180℃の温度で10 kg/\square の圧力をかけ10

接着シートを得る。接着シートは使用時には接着剤部分のみがセパレーターから剥離される。

尚、本発明の異方導電性接着シートには必要に応じて粘着性付与剤、抗酸化剤、顔料、界面活性剤等の改質剤が加えられてもよい。

(実施例)

以下に本発明の実施例について述べる。

実施例1

トルエン100重量部中に3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン1重量部を希釈、溶解させた後ニッケル粉(平均粒径5 μ m)100重量部を投入し、常温で1時間攪拌した。このあと80℃で24時間加熱を行いトルエンを完全に蒸発、除去して吸着処理ニッケル粉を得た。別にSEBS(重量平均分子量約7万、スチレン含有量28重量%)100重量部、クマロン-インデン樹脂(軟化点130℃)100重量部、脂肪族系石油樹脂(軟化点(105℃)50重量部及び抗酸化剤1重量部を予めトルエンに溶解しておいた溶液中に、前記吸着処理ニ

秒間熱圧着した(これらを試験片A、Bとする)。

このようにして得られた試験片Aについて、FPCの電極末端部とITO付きガラス上の一点との間の導通抵抗値を、また試験片BについてはFPCの隣接する電極間の絶縁抵抗値を測定したあと冷・温熱サイクル試験(-20℃ \times 2時間 \rightarrow 70℃ \cdot 95%RH \times 2時間、6時間/サイクル)を実施、導通及び絶縁抵抗の変化と導通不良の発生率を追跡した。これらの結果を第1表に示す。

実施例2

ニッケル粉100重量部に対し3-グリシドキシプロピルトリメトキシシランを3重量部用いて得た吸着処理ニッケルを使用した以外は実施例1と全く同様に行って得られた結果を第1表に示す。

実施例3

ニッケル粉100重量部に対しメチルトリメトキシシラン1重量部を用いて得た吸着処理ニッケルを使用した以外は実施例1と全く同様に行

行って得られた結果を第1表に示す。

比較例

未処理のニッケル粉を使用した以外は実施例1と全く同様に行って得られた結果を第1表に示す。

第 1 表

		実 施 例			比較例
		1	2	3	
試験前	導 通 抵 抗 (Ω)	22	22	25	23
	絶 縁 抵 抗 (Ω)	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$
40 サイクル後	導 通 抵 抗 (Ω)	30	32	34	42
	絶 縁 抵 抗 (Ω)	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$
	オープン発生率 (%)	0	0	0	43
80 サイクル後	導 通 抵 抗 (Ω)	34	34	31	/
	絶 縁 抵 抗 (Ω)	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	
	オープン発生率 (%)	0	0	0	
160 サイクル後	導 通 抵 抗 (Ω)	35	34	34	/
	絶 縁 抵 抗 (Ω)	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	$10^{10} \uparrow$	
	オープン発生率 (%)	0	0	0.7	

実施例及び比較例から明らかなように、本発明の異方導電性接着シートは上記試験においても導通抵抗が安定しており、しかも導通不良の発生率が長期にわたり極めて少ない。また絶縁抵抗も $10^{10} \Omega$ 以上と充分に高く、且つ接着作業は容易である。

(発明の効果)

本発明の異方導電性接着シートはこのように過酷な使用条件を想定した耐久試験においても優れた性能を示すものであり、従ってフリップチップの回路接続に用いても長期にわたって正確な導通（貫層方向）と絶縁性（沿層方向）が得られる。それ故、液晶表示装置などのディスプレイ材料とFPCとの導電接着などに有効に利用し得る。

特許出願人

積水化学工業株式会社

代表者 関 田 肇